

OFGS File No.: P/4076-57

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Patent Application of

Deming LIU, et al.

Date: February 1, 2006

Serial No.: 10/628,585

Group Art Unit: 1742

Filing Date: July 28, 2003

Examiner: Ngoclan T. Mai

For: PARTICULATE REINFORCED ALUMINUM COMPOSITES, THEIR
COMPONENTS AND THE NEAR NET SHAPE FORMING PROCESS OF
THE COMPONENTS

Mail Stop Issue Fee
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

In accordance with 35 U.S.C. §119, Applicant confirm the prior request for priority under the International Convention and submits herewith the following document in support of the claim:

Certified Chinese Application No. 02125862.7, filed July 31, 2002.

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as First Class Mail in an envelope addressed to:

Mail Stop Issue Fee
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450, on February 1, 2006:

Robert C. Faber

Name of applicant, assignee or
Registered Representative

Robert C. Faber
Signature

February 1, 2006
Date of Signature

RCF:rra

Respectfully submitted,

Robert C. Faber

Robert C. Faber

Registration No.: 24,322

OSTROLENK, FABER, GERB & SOFFEN, LLP

1180 Avenue of the Americas

New York, New York 10036-8403

Telephone: (212) 382-0700

BEST AVAILABLE COPY

证 明

本证明之附件是向本局提交的下列专利申请副本

申 日: 2002. 07. 31

申 号: 02125862. 7

申 别: 发明

发明名称: 颗粒增强铝基复合材料及其零部件和零部件的近净成形工艺

申 人: 北京有色金属研究总院 A S M 先进自动器材有限公司

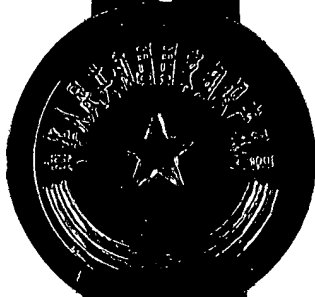
发明设计人: 樊建中、刘德明、徐骏、廖秋琪、左涛、高兆祖

CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

中华人民共和国
国家知识产权局局长

田力普

2005 年 12 月 30 日



权利要求书

- 1、一种颗粒增强铝基复合材料，由增强体颗粒和铝合金组成，其特征在于：
 - (1) 增强体颗粒弥散均匀分布于铝合金基体中，并与基体形成物理或化学冶金界面结合，
 - (2) 增强体颗粒的平均粒度为 $0.1 \sim 3.5 \mu\text{m}$ ，
 - (3) 增强体颗粒的体积百分比为 $10 \sim 40\%$ 。
- 2、根据权利要求 1 的一种颗粒增强铝基复合材料，其特征在于：所述的增强体颗粒为 B_4C 、 SiC 、 Al_2O_3 和 AlN 中的任意一种。
- 3、根据权利要求 1 的一种颗粒增强铝基复合材料，其特征在于：所述的铝合金为锻铝、硬铝、超硬铝中的任意一种。
- 4、一种颗粒增强铝基复合材料的零部件，其特征在于：该零部件是采用权利要求 1 所述的颗粒增强铝基复合材料制成的坯料。
- 5、一种权利要求 4 所述的颗粒增强铝基复合材料的其零部件的成形工艺，其特征在于：该方法包括下述步骤：
 - (1) 按所设计的复合材料中增强体体积百分含量 $10 \sim 40\%$ ，折算出所需增强体颗粒的重量百分含量为 $9.3 \sim 50.9\%$ ，按复合材料中增强体颗粒的重量百分含量计算出所需增强体颗粒的重量和所需另一种原料铝基合金粉末的重量，
 - (2) 将所需量的原料增强体颗粒和铝基合金粉末以及钢球加入到高能球磨机的球磨筒中，进行高能球磨 $1 \sim 10$ 小时，其中，球料重量比为 $10 \sim 50:1$ ，高能球磨转速分为先低速再高速两个阶段，低速球磨转速为 $100 \sim 150\text{rpm}$ ，时间为 $10 \sim 40\text{min}$ ，高速球磨转速为 $150 \sim 300\text{rpm}$ 、时间为 $20 \sim 600\text{min}$ ，
 - (3) 然后再加入液态表面活性剂，在 $15 \sim 80^\circ\text{C}$ 范围内球磨 $0.5 \sim 2$ 小时，其中，球料重量比为 $10 \sim 50:1$ ，高能球磨转速为 $100 \sim 300\text{rpm}$ ，制成复合粉末，
 - (4) 将复合粉末冷等静压成形，坯料密度为材料理论密度的 $70 \sim 80\%$ ，所加压力为 $200 \sim 1000\text{MPa}$ ，保压时间为 $1 \sim 10\text{min}$ ，
 - (5) 将冷等静压坯料真空烧结或热压成形为致密坯锭，烧结或热压温度为 $450 \sim 600^\circ\text{C}$ ，热压压力为 $36 \sim 70\text{Mpa}$ ，真空度不低于 $1.5 \times 10^{-2}\text{Pa}$ ，
 - (6) 将致密坯锭进行二次加热到 $600 \sim 660^\circ\text{C}$ ，使得液相含量达到 $60 \sim 70\%$ ，随后进行半固态压铸成形，制成坯料。
- 6、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺，其特征

是, 所述的增强体原料的颗粒为 B_4C 、 SiC 、 Al_2O_3 及 AlN 中的任意一种。

7、根据权利要求 5 的一种颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 所述的铝合金为锻铝、硬铝、超硬铝合金中的任意一种。

8、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 所述的增强体颗粒与铝基合金粉末的平均粒度之比在 $0.1 \sim 100 \mu m / 10 \sim 210 \mu m$ 范围内任意选择。

9、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 在上述步骤 (2) 中, 所述钢球为 $\Phi 5 \sim \Phi 8mm$ 的高碳钢球, 所述高能球磨机的球磨筒在球磨时, 先抽真空到真空度为 $0.1 \sim 10Pa$, 再充入惰性气体氮气和氩气中的一种, 所充入的氮气和氩气中的一种气体的压力为 $1.01 \times 10^5 Pa \sim 1.1 \times 10^5 Pa$, 且球磨时球磨筒在 $5 \sim 25^\circ C$ 水的冷却下, 进行高能球磨。

10、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 在上述步骤 (3) 中, 所加入的液态表面活性剂的加入量为 $10 \sim 50ml$, 在进行球磨时, 先抽真空到真空度为 $0.1 \sim 10Pa$, 再充入惰性气体氮气和氩气中的一种, 所充入的氮气和氩气中的一种气体的压力为 $1.01 \times 10^5 Pa \sim 1.1 \times 10^5 Pa$, 球磨筒在无水冷却的条件下, 进行高能球磨。

11、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 在上述步骤 (3) 中, 高能球磨后的复合粉末的粒度范围为 $10 \sim 120 \mu m$ 。

12、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 在上述步骤 (3) 中, 所加入的表面活性剂为汽油、航空汽油、甲醇和己醇中的任意一种有机溶剂。

13、根据权利要求 5 的颗粒增强铝基复合材料的零部件的成形工艺, 其特征是, 在上述步骤 (6) 中, 将致密坯锭进行二次加热到 $600 \sim 660^\circ C$, 使得液相含量达到 $60 \sim 70\%$, 随后进行半固态压铸成形。

颗粒增强铝基复合材料及其零部件和零部件的近净成形工艺

技术领域

本发明涉及颗粒增强铝基复合材料及其零部件和零部件的近净成形工艺。

背景技术

颗粒增强铝基复合材料与其基体合金相比，不仅具有高比刚度、高比强度、耐磨损、耐疲劳、热膨胀系数小、尺寸稳定等优异的力学性能和物理性能，而且还具有性能可设计等特点，因此，许多国家投入了大量研究经费进行这类复合材料的研究及应用开发，并在航空航天、军事以及一些民用领域取得了成功的应用。随着工业界对颗粒增强铝基复合材料需求的不断增长，研究开发高性能、低成本复合材料零部件技术是当前该领域研究的重点，所谓高性能是指高的力学性能和物理性能以及良好的机加工性能；所谓低成本是指在保证性能要求的前提下，降低材料坯锭成本和零部件成形工艺成本，特别是复杂零部件的成形工艺成本。

目前，颗粒增强铝基复合材料坯锭的制备方法主要有：粉末冶金、搅拌铸造、共喷沉积和压力铸造法四种，控制增强体颗粒的粒度及其分布均匀性、改善增强体与基体之间界面结合是各种坯锭制备方法所需解决的首要问题。

大量文献报道表明，增强体颗粒的粒度、分布均匀性以及与基体之间界面结合是决定复合材料性能的关键因素，同时，增强体颗粒的粒度又是影响复合材料机加工性能的重要因素，颗粒粒度越小，机加工性能越好。因此，解决细粒度的增强体颗粒均匀分布于铝基体、并与基体实现良好的界面结合，是获得高性价比复合材料的关键，也是各种坯锭制备方法的目的所在。

上述四种方法相比，粉末冶金法最易实现增强体在基体中的均匀分布，同时，又可以较为方便地控制基体与增强体之间界面结合状况。但是，对于粉末冶金法而言，受原料铝粉末粒度（ $40\sim 100\mu\text{m}$ ）和增强体粉末粒度（ $\leq 3.5\mu\text{m}$ ）之比值（ $\geq 11\sim 28$ ）过大的限制，采用普通机械混合实现微细增强体颗粒微观均匀分布于基体中较为困难。另外，铝粉末表面氧化层不利于基体与增强体之间形成良好的界面结合，因此用普通机械混合法难以制备出高质量、易机加工的复合材料。

Benjamin 等人申请的 US 3, 591, 362 专利为解决上述问题提供了理论基础。采用高能球磨技术，原始粉末颗粒在高能量球的碾压、冲击下发生形变，在球表

面产生冷焊层，一定厚度的冷焊层由于不断的加工硬化又从球表面脱落并破碎，如此反复进行，最终形成合金粉末。美国专利 US3, 740, 210 发明了制备弥散强化 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 复合材料，其原料粉末为铝粉和氧化铝粉。将原料粉末在表面活性剂存在的条件下进行干磨复合，由于复合工艺过程中采用了表面活性剂，因此，制得的复合粉末中存在表面活性剂组分，该组分的存在不利于随后复合粉末压制成型的复合材料的性能。美国专利 US4, 946, 500 发明了铝基复合材料的一种制备方法，其原料为铝合金粉末和增强体颗粒粉末。将原料粉末在无表面活性剂的条件下进行高能球磨复合，由于该复合工艺未采用表面活性剂，因此克服了添加表面活性剂给复合粉末带来的不利影响，但由于铝合金粉末在球磨过程中冷焊非常剧烈，在不添加表面活性剂的条件下，实现铝合金粉末和增强体颗粒粉末的均匀化复合工艺不稳定，不利于实现工程化连续生产，该专利并没有说明在无表面活性剂的前提下，如何解决上述冷焊问题。同时，在不添加表面活性剂的情况下，球磨后的复合粉末粒度较大，难以满足后续粉末压制工艺的要求。

在解决了材料高性能技术的基础上，降低材料成本是当前颗粒增强铝基复合材料应用研究的重点，特别是针对复杂形状零部件，开发近净成形技术是降低复合材料成本的有效手段。通常零部件的成形手段采用机加工和模锻，但对于机加工性能相对较差的复合材料而言，采用机加工手段进行零部件的加工势必会增加零件成本，而且大量的机加工切削损失必将大幅度降低材料的有效利用率，从而导致成本的进一步增加。对于模锻而言，由于复合材料的塑性变形能力较差，因此模锻成本也较高。

半固态成形技术是近年来发展起来的金属零部件近净成形技术，由于粉末冶金技术制备的复合材料坯锭中无论基体还是增强体颗粒均为细小的晶粒或颗粒，这一特点决定了该材料具有显著的触变性，因此利用该材料的触变性进行颗粒增强铝基复合材料零部件的半固态近净成形是降低复合材料零部件的有效手段。美国专利 U. S. 6, 135, 19 5 发明了具有触变性的 $\text{SiC}/2\text{xxxAl}$ 复合材料，该专利采用喷射沉积技术制备复合材料坯锭，为了保证复合材料坯锭具有触变性这一特点，该专利除了严格控制二次加热工艺外，在标准铝合金内部添加了 1~5% 的 Si。该专利并没有指出在不添加 Si 的情况下，该材料是否具有触变性。此外，喷射沉积法制备的复合材料坯锭通常具有增强体颗粒宏观不均匀分布的特点，不利于保证材料性能的重复性。

发明内容

9

本发明的颗粒增强铝基复合材料由增强体颗粒和铝合金基体组成，增强体颗粒弥散均匀分布于铝合金基体中，并与基体形成高强度的物理或化学冶金界面结合，增强体颗粒的平均粒度为 $0.1 \sim 3.5 \mu\text{m}$ ，在复合材料中的体积百分比为 $10 \sim 40\%$ 。

本发明的一种颗粒增强铝基复合材料的零部件，该零部件是采用所述的颗粒增强铝基复合材料制成的坯料。

3

在上述步骤(2)中,所用的钢球以高碳钢球为佳,其钢球直径在 $\phi 5 \sim \phi 8\text{mm}$ 之间。作为增强体原料颗粒与另一种原料铝基合金粉末的平均粒度之比在很大范围内可任意选择,增强体颗粒的平均粒度可在 $0.1\mu\text{m}$ 以上,铝基合金粉末的平均粒度在 $10\mu\text{m}$ 以上,尤其以增强体颗粒和铝基合金粉末的平均粒度之比在 $0.1 \sim 100\mu\text{m}/10 \sim 210\mu\text{m}$ 范围内任意选择。

在制造颗粒增强铝基复合材料零部件时,首先按照所设计的复合材料中增强体的体积百分含量 $10 \sim 40\%$,折算出增强体颗粒的重量百分含量为 $9.3 \sim 50.9\%$,再按照复合材料中增强体颗粒的重量百分比计算出所需增强体颗粒的重量和所需另一种原料铝基合金粉末的重量。分别选择任意一种平均粒度在 $0.1 \sim 100\mu\text{m}$ 范围的增强体颗粒和平均粒度在 $10 \sim 210\mu\text{m}$ 范围的铝合金粉末,然后把 $\phi 5 \sim \phi 8\text{mm}$ 的高碳钢球、增强体粉末和铝合金粉末一起加入球磨筒中,抽真空至 $0.1 \sim 10\text{Pa}$ 后充入惰性气体,所用的惰性气体以氮气、氩气其中的一种气体为好。所充入的氮气、氩气其中的一种气体的压力为 $1.01 \times 10^5\text{Pa} \sim 1.1 \times 10^5\text{Pa}$,球磨筒在 $15 \sim 25^\circ\text{C}$ 水的冷却下,进行变速高能球磨 $1 \sim 10$ 小时,高能球磨转速先后分为低速、高速两个阶段,低速球磨转速为 $100 \sim 150\text{rpm}$,时间为 $10 \sim 40\text{min}$,高速球磨转速为 $150 \sim 300\text{rpm}$,时间为 $20 \sim 600\text{min}$ 。变速高能球磨可实现在无表面活性剂的情况下避免冷焊的发生,顺利完成球磨复合过程。球磨复合结束后,加入 $10 \sim 50\text{ml}$ 的液态表面活性剂,抽真空到真空度为 $0.1 \sim 10\text{MPa}$,充入惰性气体氮气、氩气其中的一种,所充入的氮气、氩气其中的一种气体的压力为 $1.01 \times 10^5\text{Pa} \sim 1.1 \times 10^5\text{Pa}$,球磨筒在无水冷却的条件下,在 $15 \sim 80^\circ\text{C}$ 范围内高能球磨 $0.5 \sim 2$ 小时,使得复合粉末破碎后粒度范围为 $10 \sim 120\mu\text{m}$,以满足后续粉末成形工艺的要求。将复合粉末装入真空橡胶包套内封死,放入油缸内进行冷等静压,所加压力为 $200 \sim 1000\text{MPa}$,保压时间为 $1 \sim 10\text{min}$,成形后坯料密度为理论密度的 $70 \sim 80\%$ 。将冷等静压坯料真空烧结或热压成形为致密坯锭,烧结或热压温度为 $450 \sim 600^\circ\text{C}$,热压压力为 $36 \sim 70\text{MPa}$,真空度不低于 $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 。将致密坯锭放入特殊设计的专用感应炉进行二次加热到 $600 \sim 660^\circ\text{C}$,使得液相含量达到 $60 \sim 70\%$,随后进行半固态压铸成形。

复合粉末破碎过程中添加的表面活性剂的体积为 $10 \sim 50\text{ml}$,所述的表面活性剂为有机溶剂,例如汽油、航空汽油、甲醇、己醇其中的任意一种有机溶剂。在上述步骤(3)中的球磨过程中,其球料比(钢球重量与增强体和铝合金粉末总重之比)为 $10 \sim 50:1$ 。在上述步骤(3)的球磨过程中,其转速为 $100 \sim 300\text{rpm}$ 。

11

增强体颗粒的平均粒度是影响复合材料综合性能的一个因素，通常大尺寸颗粒 ($>3.5\mu\text{m}$) 有利于提高复合材料弹性模量和强度，但塑性急剧下降。相反，小尺寸颗粒 ($<3.5\mu\text{m}$) 以及亚微米颗粒在提高弹性模量和强度的同时，仍可使材料的塑性和韧性保持较高水平，同时，改善了复合材料的二次加工性能和机加工性能。本发明复合材料中增强体颗粒的平均粒度可控制在 $0.1\sim 1\mu\text{m}$ 范围内。图 1 示出了增强体颗粒原料和原料铝基合金粉经球磨 6 小时的增强体颗粒平均粒度为 $1.5\mu\text{m}$ 的复合材料。影响增强体颗粒平均粒度的工艺参数主要包括钢球与两种原料粉末的重量比 (球料比)、转速及高能球磨时间。较大的球料比 20~50:1，高转速 180~300rpm 以及较长的球磨时间 4~10 小时可获得性能优良的复合粉末。

上述所有的混合物球磨过程中，球料比可选择在 10~50:1 范围内，又以 20~50:1 为好，在步骤 (2)、(3) 中，球料比为钢球重量与增强体颗粒、铝合金粉末的总原料重量比，具体的球料比值视增强体颗粒的平均粒度和球磨复合时间要求确定，增强体颗粒的平均粒度越小，则球料比越大；球磨复合时间越短，则球料比越大。在上述步骤 (2)、(3) 中的高能球磨机的转速可选择在 100~300rpm，又以 180~300rpm 为佳，上述步骤 (2) 中的高速球磨转速为 150~300rpm，以 180~300rpm 为佳。同样具体的转速值视增强体颗粒的平均粒度和球磨复合时间要求确定，增强体颗粒的平均粒度越小，则转速越大；球磨复合时间越短，则转速越大。此外，转速须足以保证不出现球磨粘料现象。

在上述步骤 (2) 的混合物球磨过程中，须采用变速高能球磨，其目的是为了阻止铝基合金粉末的粘料现象。先采用低速高能球磨使铝基合金粉末加工硬化，然后采用高速高能球磨使铝基复合粉末与增强体颗粒复合。

复合粉末破碎过程中，须在表面活性剂中进行。添加表面活性剂的目的是为了快速破碎复合粉末，使其平均粒度达到后续粉末成形工艺的要求，即复合粉末粒度在 $10\sim 120\mu\text{m}$ 范围内。

增强体颗粒均匀分布于基体是复合材料制备方法所解决的首要问题。采用机械混合法对增强体颗粒分布均匀性的影响主要取决于材料组分本身的物理性质，而材料组分的物理性质差别非常不利于增强体颗粒的均匀分布。相反，高能球磨对增强体颗粒分布均匀性的影响取决于球磨工艺参数，即球料比、转速及球磨时间等，不仅避开了复合材料组分物理性质差别带来的不利因素，而且其本身很容易实现增强体颗粒均匀分布于基体。此外，高能球磨法可以实现亚微米级增强体

颗粒的均匀分布。图 2 比较了机械混合和高能球磨法对增强体颗粒分布均匀性的影响，后者颗粒分布均匀性明显优于前者，而且颗粒粒度越小，均匀性越好。合适的球料比、转速与球磨时间是实现增强体颗粒进入并均匀分布于基体的保证。

基体与增强体之间界面结合状况是影响复合材料性能的重要因素，形成高强度界面是制备复合材料的关键环节。对于机械混合粉末冶金工艺而言，铝合金粉末表面氧化层的存在阻碍了基体与增强体之间的结合。本发明采用高能球磨法克服了上述工艺的缺陷，为控制和形成良好的界面奠定了基础。

本发明的颗粒增强铝基复合材料中增强体颗粒以弥散形式均匀分布于铝合金基体中。高能球磨过程中铝基合金粉末在钢球的辗压、冲击下发生形变在球表面产生冷焊层，与此同时，脆性的增强体颗粒被破碎被挤入冷焊层，一定厚度的冷焊层由于不断的加工硬化又从钢球表面脱落，接着被破碎冷焊。如此反复进行，细小的增强体颗粒机械地被镶嵌在铝合金粉末中且弥散分布。图 3 示出了复合粉末内部的冷焊条纹，证实了铝基合金粉末的变形和冷焊现象的产生以及增强体颗粒粒度减小和逐渐均匀分布的过程。

在上述步骤（4）的冷等静压中，成形后坯料密度为材料理论密度的 70~80%，以保证粉末之间孔隙连通，从而满足真空除气的要求。

在上述步骤（5）中，无论真空烧结还是真空热压，采用抽真空、加热同时进行的方法开始真空除气，加热温度在 450~600℃ 范围内（具体加热温度取决于基体粉末种类），真空度可达 10^{-2} Pa 数量级，真空除气的目的是去除坯料中残留气体、铝合金和增强体粉末表面的吸附水或化学结晶水以及其它易挥发物质。

零部件的成形工艺成本是影响颗粒增强铝基复合材料应用的重要因素。尽管传统的零部件成形工艺，包括热挤压、模锻以及机加工等，仍然适合于颗粒增强铝基复合材料，但与铝合金基体相比，由于颗粒增强铝基复合材料表现出较差的塑性和机加工性能，因此，在一定程度上增加了零部件的成形成本，并限制了复合材料的规模应用。特别是对于复杂形状的零部件，采用热挤压成形坯料、机加工出复杂形状零部件，由于大量的具有一定难度的机加工工作量以及大量材料变成切削而浪费，因此极大的提高了零部件的成本；采用模锻技术成形复杂形状零部件，由于复合材料较差的塑性变形能力，因此，成形复杂形状的零部件也具有相当程度上的困难，具体表现为辅助工序长、模具昂贵以及对模锻设备具有特殊要求，如需要等温模锻设备等。与上述几种零部件成形技术相比，步骤（6）采用了半固态近净成形技术成型具有复杂形状的颗粒增强铝基复合材料零部件，利

用该材料微细微观组织决定的触变性，通过二次加热获得具有一定比例的固液相共存的坯锭，然后在压铸机上完成零件成形，由于该技术属于近净成形技术，因此极大地提高了材料的利用率，同时，该技术工序、模具简单，有利于零件成本降低。图 4 示出了 35vol%AlNp / 6061Al 和 35vol%SiCp / 6061Al 复合材料真空热压坯锭。图 5 示出了形成触变性的复合材料的微细微观组织。

本发明的颗粒增强铝基复合材料及其零部件成形工艺的优点就在于：

1、本发明的颗粒增强铝基复合材料中增强体颗粒均匀分布于基体中，同时增强体与基体之间形成良好的界面结合，保证了复合材料具有高强度和高刚度等优异的力学性能。表 1 示出了几种高性能复合材料的性能。此外，通过控制增强体颗粒的粒度范围，保证了微细颗粒增强铝基复合材料具有较为良好的机加工性能。

2、本发明的复合材料坯锭的制备方法工艺简单，球磨时间大大缩短，从而缩短了生产周期。球磨复合过程中不添加表面活性剂，避免了表面活性剂组分对材料性能的影响，而采用变速高能球磨解决了铝基合金粉末的严重冷焊问题。复合粉末球磨破碎过程中，添加少量液态表面活性剂，在一定温度范围内，表面活性剂汽化加速了复合粉末的破碎，并形成粒度合适的复合粉末。

3、本发明的复合材料坯锭制备方法很方便地改善了增强体的平均粒度和表面化学状况以及增强体在基体中分布均匀性，避免了原料组分物理性能差别带来的不利影响，使得增强体颗粒与基体之间形成高结合强度的界面，控制了增强体颗粒的平均粒度，实现了增强体颗粒在基体中的均匀分布，特别是实现了亚微米颗粒在铝基体中的均匀分布。

4、本发明的零部件成形方法采用了半固态触变成形技术，实现了零部件的近净成形，极大地提高了复合材料的利用率，减少了机加工量，最终导致零部件成本的降低。

5、本发明把制备高性能复合材料坯锭的高能球磨粉末冶金技术和零部件半固态近净成形技术有机地结合起来，充分发挥高能球磨技术容易实现微细颗粒均匀分布于铝基体中，并与铝基体形成良好的界面结合的优点，从而保证材料的高性能、易机加工等特点；充分发挥半固态技术的近净成形特点，从而有效解决复杂零部件的成形问题。综合以上二者的优点，即复合材料零部件的近净成形以及材料具有高性能、高质量、易机加工等特点，最终可实现颗粒增强铝基复合材料零部件的高性价比。

1-1

表 1 高性能复合材料的性能

材料名称	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	弹性模量 (Gpa)	延伸率 (%)	断面收缩率 (%)
17vol%B ₄ Cp/6061Al (T6)	470	415	108	2	--
15vol%SiCp/2024Al (T6)	513	453	100	--	3.3
35vol% AlNp/6061Al (R)	495	--	--	--	--

其中, 材料 17vol%B₄Cp/6061Al (T6) 的制造方法见实施例 1。

材料 15vol%SiCp/2024Al (T6), 采用 SiC 增强体颗粒、2024Al 铝合金。SiC 颗粒的体积百分数为 15%。材料 35vol% AlNp/6061Al, 采用 AlN 增强体颗粒、6061Al 铝合金。AlN 颗粒的体积百分数为 35 %。上述各材料均采用本发明的方法制成。

附图说明

图 1 用测试仪器为 Neophot-2 光学显微镜所测试的高能球磨 (加入 AlN 颗粒和 6061Al 合金粉末) 6 小时后的 AlN/6061 复合材料的金相组织×200

图 2a 用测试仪器为 Neophot-2 光学显微镜所测试的普通机械混合后的 B₄C 颗粒的分布情况

图 2b 用测试仪器为 Neophot-2 光学显微镜所测试的为高能球磨后的 B₄C 颗粒分布情况

图 3 用测试仪器为 Neophot-2 光学显微镜所测试的 B₄C/6061 复合粉末内部的冷焊条纹

图 4 35vol% AlNp/6061Al 和 35vol%SiCp/6061Al 复合材料真空热压坯锭

图 5 用测试仪器为 Neophot-2 光学显微镜所测试的形成触变性的 SiCp/Al 复合材料的微细微观组织。×500

具体实施方式

以下用实施例对本发明作进一步的说明, 将有助于对本发明的产品及制备方法及其优点作进一步的理解, 本发明的保护范围不受这些实施例的限定, 本发明的保护范围由权利要求书来限定。

实施例 1

本实施例的 B₄Cp/6061Al 复合材料, 其中 B₄C 颗粒平均粒度为 0.92 μm, 弥散均匀分布于铝合金基体中, B₄C 颗粒的体积百分数为 17%。

其制法为按所设计的 B₄Cp/6061 Al 复合材料中的 B₄C 颗粒的体积百分数 17

15

%折算出 B_4C 颗粒的重量百分数为 18.1%，分别称取平均粒度为 $0.92\mu m$ 的 B_4C 粉末 543 克、平均粒度为 $105\mu m$ 的 6061Al 粉 2457 克和 $\Phi 6mm$ 的高碳钢球 50 公斤一起加入球磨筒，封好装料口，抽真空至 $5 \times 10^{-1} Pa$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气压力为 $1.02 \times 10^5 Pa$ ，其球磨筒在 $15 \sim 25^\circ C$ 水的冷却下进行高能球磨，转速先为 125rpm，球磨时间 0.5 小时；然后转速增加到 192rpm，球磨 2 小时后加入 20ml 的甲醇有机溶剂，抽真空到真空度为 $5 \times 10^{-1} Pa$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气的压力为 $1.02 \times 10^5 Pa$ ，球磨筒在无水冷却的条件下，在 $15 \sim 80^\circ C$ 范围内高能球磨 0.5 小时，转速为 125rpm。球磨结束后出粉。复合粉末平均粒度为 $70.6\mu m$ ，复合粉末中 B_4C 颗粒均匀分布，平均粒度为 $0.92\mu m$ 。将复合粉末装入 $\Phi 120mm \times 300mm$ 的真空橡胶包套内封死放入油缸内进行冷等静压，所加压力为 200MPa，保压时间为 3min，成形后坯料密度为材料理论密度的 75%。将冷等静压坯料真空热压为致密坯锭，热压温度为 $550^\circ C$ ，热压压力为 42MPa，真空度为 $3 \times 10^{-2} Pa$ 。将致密坯锭放入特殊设计的感应炉进行二次加热到 $650^\circ C$ ，使得液相含量达到 60~70%，随后进行半固态压铸成形。该复合材料坯锭的性能见表 1。

实施例 2

本实施例的 SiCp/2024Al 复合材料，其 SiC 颗粒平均粒度为 $3.5\mu m$ ，弥散均匀分布于铝合金基体中，SiC 颗粒的体积百分数为 15%。

其制法为按所设计的 SiCp/2024Al 复合材料中的 SiC 颗粒的体积百分数 15%折算出 SiC 颗粒的重量百分数为 17.3%，分别称取平均粒度为 $3.5\mu m$ 的 SiC 粉末 519 克、平均粒度为 $75\mu m$ 的 2024Al 粉 2481 克和 $\Phi 6mm$ 的高碳钢球 40 公斤一起加入球磨筒，封好装料口，抽真空至 $5 \times 10^{-1} Pa$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气压力为 $1.02 \times 10^5 Pa$ ，其球磨筒在 $15 \sim 25^\circ C$ 水的冷却下进行高能球磨，转速先为 125rpm，球磨时间 0.5 小时；然后转速增加到 192rpm，球磨 2 小时后加入 10ml 的甲醇有机溶剂，抽真空到真空度为 $5 \times 10^{-1} Pa$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气的压力为 $1.02 \times 10^5 Pa$ ，球磨筒在无水冷却的条件下，在 $15 \sim 80^\circ C$ 范围内高能球磨 0.5 小时，转速为 125rpm。球磨结束后出粉。复合粉末平均粒度为 $35\mu m$ ，复合粉末中 SiC 颗粒均匀分布，平均粒度为 $3.5\mu m$ 。将复合粉末装入 $\Phi 120mm \times 250mm$ 的真空橡胶包套内封死放入油缸内进行冷等静压，所加压力为 200MPa，保压时间为 3min，成形后坯料密度为材料理论密度的 74%。将冷等静压坯料真空热压为致密坯锭，热压温度为 $510^\circ C$ ，热压压力为 42MPa，真空度为 $3 \times 10^{-2} Pa$ 。将致密坯锭放入特殊设计的感应炉进行二次加热到 $610^\circ C$ ，使得液相

含量达到 60~70%，随后进行半固态压铸成形。

实施例 3

本实施例的 SiCp/6061Al 复合材料，其 SiC 颗粒平均粒度为 $3.5\mu\text{m}$ ，弥散均匀分布于铝合金基体中，SiC 颗粒的体积百分数为 35%。

其制法为按所设计的 SiCp/6061Al 复合材料中的 SiC 颗粒的体积百分数 35% 折算出 SiC 颗粒的重量百分数为 31.2%，分别称取平均粒度为 $3.5\mu\text{m}$ 的 SiC 粉末 1248 克、平均粒度为 $105\mu\text{m}$ 的 6061Al 粉 2752 克和 $\Phi 6\text{mm}$ 的高碳钢球 40 公斤一起加入球磨筒，封好装料口，抽真空至 $5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气压力为 $1.02 \times 10^5\text{Pa}$ ，其球磨筒在 $15 \sim 25^\circ\text{C}$ 水的冷却下进行高能球磨，转速先为 125rpm，球磨时间 1 小时；然后转速增加到 192rpm，球磨 4 小时后加入 10ml 的甲醇有机溶剂，抽真空到真空度为 $5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，充入惰性气体氮气，所充入的氮气的压力为 $1.02 \times 10^5\text{Pa}$ ，球磨筒在无水冷却的条件下，在 $15 \sim 80^\circ\text{C}$ 范围内高能球磨 0.5 小时，转速为 125rpm。球磨结束后出粉。复合粉末平均粒度为 $45.6\mu\text{m}$ ，复合粉末中 SiC 颗粒均匀分布，平均粒度为 $3.5\mu\text{m}$ 。将复合粉末装入 $\Phi 120\text{mm} \times 250\text{mm}$ 的真空橡胶包套内封死放入油缸内进行冷等静压，所加压力为 500MPa，保压时间为 3min，成形后坯料密度为材料理论密度的 70%。将冷等静压坯料真空热压为致密坯锭，热压温度为 550°C ，热压压力为 42MPa，真空度为 $3 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 将致密坯锭放入特殊设计的感应炉进行二次加热到 660°C ，使得液相含量达到 60~70%，随后进行半固态压铸成形。

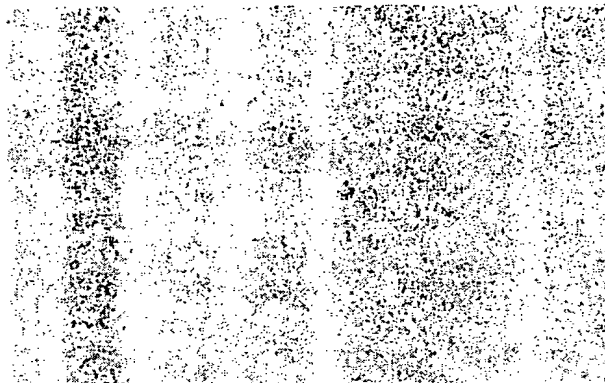


图 1

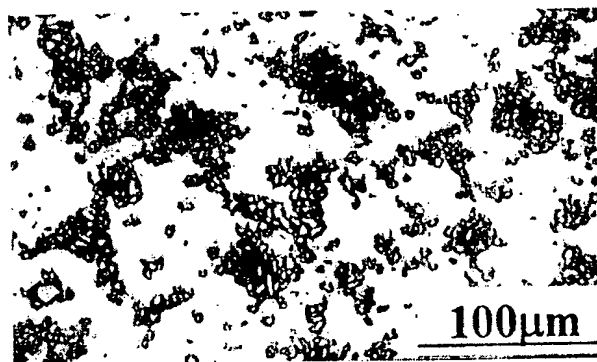


图 2 a

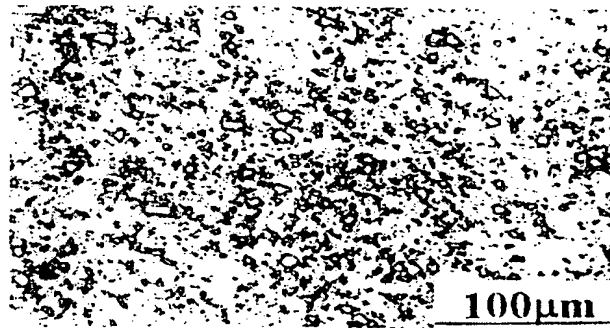


图 2 b

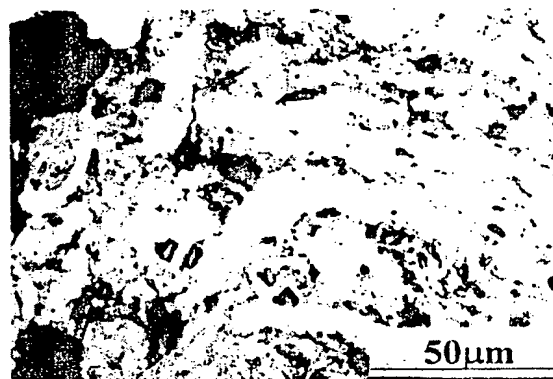


图 3

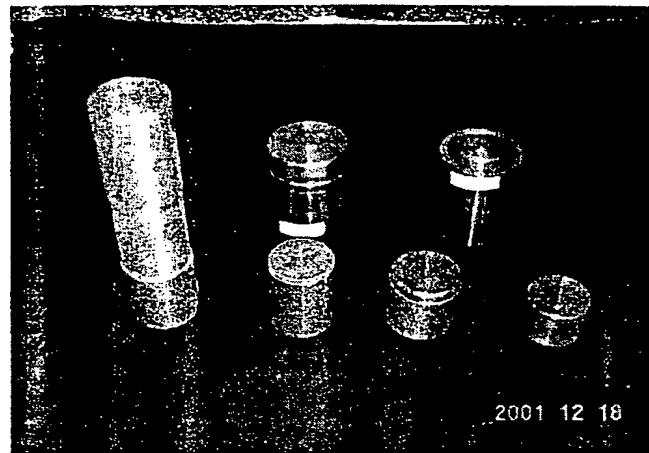


图 4

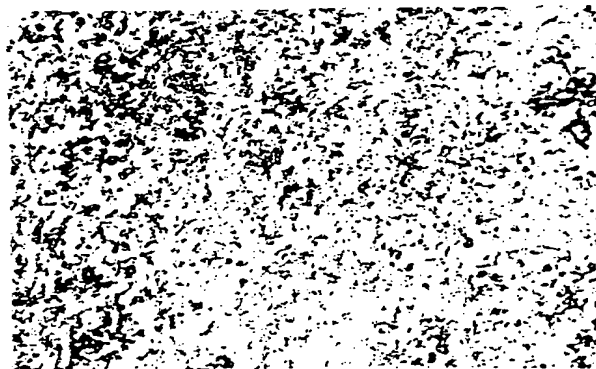


图 5